

각종 첨가제가 다공성 Aluminum Titanate Ceramics의 미세구조 및 기계적 특성에 미치는 영향

김병훈 · 나용한

전남대학교 무기재료공학과
(1993년 10월 7일 접수)

Effects of Additives on the Microstructure and Mechanical Properties in Porous Aluminum Titanate Ceramics

Byung-Hoon Kim and Yong-Han Na

Dept. of Inorganic Mat. Eng., Chonnam Nat. Univ.
(Received October 7, 1993)

요 약

Aluminum titanate ceramics의 기계적 특성 및 기공경 등의 특성 개선을 위하여 지금까지 보고된 바 없는 Bi_2O_3 , FeO , ZnO , NiO 의 4종의 첨가제를 1 wt%와 5 wt%씩 각각 첨가하여 실험하였다. 실험결과 Bi_2O_3 는 aluminum titanate의 합성을 억제하였으며 FeO , ZnO , NiO 는 합성을 촉진시켰다. 이중 FeO 가 가장 우수한 aluminum titanate 합성 촉진제였다. 균일한 미세조직, 기공경분포, 기계적 강도를 부여하는 가장 우수한 첨가제는 ZnO 였으며 가장 낮은 평균폭이 좁은 기공경 분포를 나타내었다. 균일한 미세구조와 폭이 좁은 기공경 특성 발현을 위해서는 첨가제의 첨가량이 5 wt%보다는 1 wt% 첨가하는 것이 바람직하였다.

ABSTRACT

This experiments were focused on a modification of mechanical properties and structure in porous aluminum titanate ceramics by new additives which have been not researched yet. These were consisted of four kinds of additives i.e. Bi_2O_3 , FeO , ZnO and NiO by addition amount of 1 wt% and 5 wt% respectively. The addition of Bi_2O_3 retarded a degree of syntehsis of aluminum titanate and accelerated in FeO , ZnO , NiO additives. Also, the most effective accelerator in synthesis of aluminum titanate was FeO . A additives for the most effective of modification of microstructure, sharp distribution of pore size and mechanical proterties was on ZnO addition and showed the lowest average pore size and narrowed pore size distribution. In order to improve of microstructure and pore size distribution in porous aluminum titanate ceramics was desired the addition amount of 1 wt% compare to 5 wt%.

1. 서 론

Aluminum titanate는 고융점을 나타내고 매우 낮은 열팽창 재료로서 알려져 있다. 그러나 aluminum titanate 결정이 갖는 열팽창 이방성으로 인하여 냉각시 미세균열이 발생되어 기계적 강도가 현저히 저하되어 실용화가 급속히 이루어지지 못하고 있으며^{1,2)}, 800°C와 1300°C 부근에서 corundum과 rutile로 분해되는 결점도 있어 이의 개선을 위한 연구가 진행되고 있다³⁻⁷⁾. 이러한 결점을 개선하기 위해서 SiO_2 ⁸⁾, ZrO_2 ⁹⁾, Al_2O_3 와 mullite¹⁰⁾,

AlN 과 Si_3N_4 ¹¹⁾, MgO 와 FeO ¹²⁾, Y_2O_3 와 CeO_2 ¹³⁾, spodumen과 cordierite¹⁴⁾들을 첨가하여 좋은 결과를 얻어 일부는 도가니, 노즐, 버너너 튜브, 열전대 보호관, 세라믹 엔진분야에 상용화가 이루어지고 있다. 본 연구는 지금까지 보고된 바 없는 Bi_2O_3 , FeO , ZnO , NiO 의 4종의 첨가제를 1 wt%와 5 wt%씩 각각 첨가하여 첨가제 첨가에 따른 소성온도별 미세구조 변화, 기계적 특성과 aluminum titanate 합성에 미치는 영향에 대하여 조사하였다. 특히 aluminum titanate의 저팽창 특성이 발현될 수 있고 기공율을 가능한한 높게 유지시키기 위하여

저온소성으로도 고강도를 보유하고 aluminum titanate 합성을 최대화시켜서 용융급속 여과재와 화학, 식품공업 등의 분야에서 분리정제에 이용될 수 있는 담체 또는 세라믹스 정밀 여과재로서 aluminum titanate를 용융하기 위한 기초 특성을 검토하였다.

2. 실험방법

2.1. 시편제조

출발원료로서 이용한 알루미늄은 일본 Sumitomo사제로서 순도 99.9%, 입경 0.5 μm 이고, 티타니아는 Fujitan사제로 순도 99%, 입경 0.2 μm 이었다. 첨가제로 사용한 FeO 와 Bi_2O_3 는 순정화학(주) 특급시약이었고 NiO 와 ZnO 는 Junsei(주) 특급시약이었다. 시편 제조는 알루미늄과 티타니아를 같은 몰비로하고 여기에 첨가제를 1 wt%와 5 wt%씩 각각 첨가한 다음 알루미늄을 이용하여 분산제, 유기바인더, 물을 적량 첨가하여 24시간 동안 볼밀링시키고 spray dryer를 이용하여 30 μm 전후의 구상의 파립을 제조하였다. 제조된 파립은 CIP(Cold Isostatic Press)를 이용하여 1200 kg/cm^2 의 정수압으로 가로×세로가 20 mm×50 mm이고 두께 10 mm 정도의 직사각형 시편으로 성형하였다. 성형된 시편을 110°C에서 충분히 건조시킨 다음 3°C/min의 승온속도로 하여 전기로에서 1200°C, 1300°C, 1400°C, 1500°C로 각각 3시간 유지시킨 다음 로내에서 냉각시켰다. 시편 약호에 있어서 Bi_2O_3 1 wt%와 5 wt%는 B1과 B2라 하고 FeO 1 wt%와 5 wt%는 F1과 F2, ZnO 1 wt%와 5 wt%는 Z1과 Z2로 NiO 1 wt%와 5 wt%는 N1과 N2로 각각 표기하였으며 첨가제가 첨가되지 않은 시편은 A0로 표기하였다.

2.2. 기계적 강도 및 물리시험

기계적 강도는 KSL3110에 의거하여 span 40 mm, 가압속도 2 mm/min으로 하여 3점 꺾임강도로 2본의 시편에 대하여 평균값으로 하였다. 비중, 기공율은 KSL 3114에 의거하여 각각 구하였다.

2.3. X선 회절분석 및 미세조직 관찰

각각의 소성온도에서 첨가제에 따라 존재하는 제 2상 및 aluminum titanate의 합성여부를 규명하기 위하여 일본 RIGAKU사제 X선 회절 분석기를 이용하여 광물상을 분석하였으며 소성된 시편의 미세조직은 일본 JEOL사제 JSM-804A 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 관찰하였다.

2.4. 기공경 분포

미국 Quantachrome사제 autoscan mercury porometer를 이용하여 소결체 내부에 존재하는 기공경 분포를 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. X선 회절분석

첨가제 첨가에 따른 Aluminum Titanate 결정(이하 AT로 칭함) 결정상의 생성에 대한 XRD 시험결과는 Fig. 1과 같다. 1200°C에서는 AT 합성은 Fig. 1(A)와 같다. 1200°C에서는 AT 결정생성이 활발히 이루어지지 않았다. B2에서는 1200°C에서 bismuth titanate($\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{TiO}_2$)의 제 2상이 형성되었다. AT 합성은 B1, B2 시편 모두 거의 관측되지 않았으며 1300°C 이상 1500°C 까지 고온에서도 AT 합성은 A0 시편에 비하여 현저히 억제되었으므로 Bi_2O_3 는 AT 형성을 억제함을 알 수 있다. A0의 경우는 1300°C에서 미반응 알루미늄과 티타니아가 확인되나 고온으로 올라갈수록 그 양은 현저히 감소되었고 AT 결정이 증가하였다. Z1과 Z2는 1200°C 저온에서 zinc aluminate($\text{ZnO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$)의 제 2상이 형성되었으나 1200°C에서는 AT 합성을 조장하지는 않고 1300°C에서는 Z1의 경우는 A0에 비해 AT 합성이 억제되었다. 1500°C에서는 Z1, Z2 모두 A0에 비해 AT 합성이 많이 이루어졌다. 이것은 B1, B2에서 형성된 $\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{TiO}_2$ 화합물이 AT 합성을 억제하는 것과는 반대로 Z1, Z2에서는 1300°C에서 Z2 이외는 AT 합성이 A0에 비하여 조장되었기 때문이다. F1과 F2의 경우는 1200°C 저온에서는 F2가 F1에 비하여 훨씬 많은 양의 AT가 합성되었으며 A0에 비하여 모두 AT 합성이 촉진되었음을 알 수 있으며 F2의 경우 본 실험에서 얻어진 결과중 가장 많은 AT 합성이 이루어졌다. 1300°C와 1500°C에서는 F1과 F2에 있어서 거의 비슷한 AT 합성결과를 나타내었고 A0에 비하여서는 훨씬 많은 양의 AT 합성이 이루어졌음을 알 수 있다. 한편 F1과 F2는 다른 시편에서 형성된 제 2상의 화합물의 형성은 관찰되지 않았는데 이것은 첨가된 FeO 가 Al_2O_3 - TiO_2 - FeO 계의 유리상을 형성하였을 것으로 생각되나, 이에 대한 좀더 명확히 규명이 향후 이루어져야 할 것으로 기대된다. N1과 N2에 있어서는 1200°C에서는 N1의 경우 제 2의 화합물의 형성이 많지는 않으나 N2의 경우는 N1과 A0에 비해 AT 합성이 약간 많이 이루어지고 nickel aluminate($\text{NiO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) 화합물 형성도 많이 이루어졌음을 알 수 있다.

1300°C와 1500°C에서는 N1, N2 모두 A0에 비해서

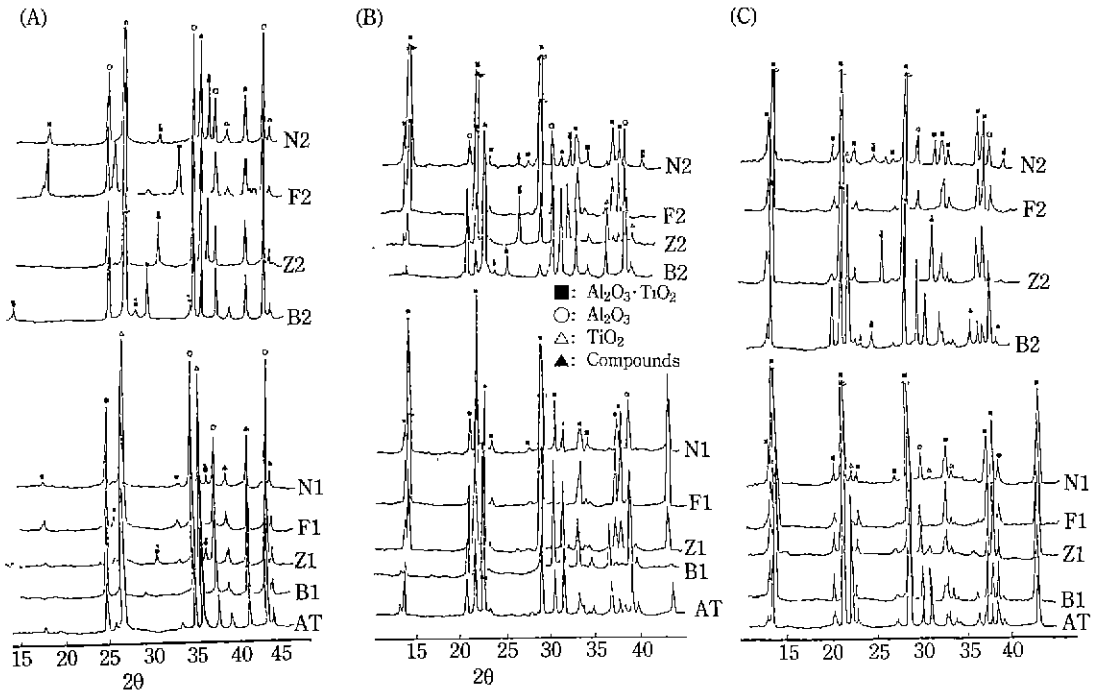


Fig. 1. XRD patterns of aluminum titanates with additives fired at (A) 1200°C, (B) 1300°C, (C) 1500°C respectively.

훨씬 많은 양의 AT 합성이 이루어졌고, 온도가 증가할수록 nikel aluminate 생성량은 감소하였으며 N1에서는 거의 관측되지 않았는데 이것은 F1, F2처럼 $Al_2O_3 \cdot TiO_2$ -NiO계 유리물 형성이 이루어진 것으로 생각되지만 이에 대하여서는 좀더 깊은 연구가 이루어져야 할 것이다.

이상의 결과로부터 첨가제가 제 2화합물을 형성하는데 있어서 aluminates가 아닌 titanates에서는 AT 합성을 현저히 억제하였으나 aluminates는 일부 AT 합성을 조장하였으며, 1200°C 저온에서 1500°C 고온까지 AT 합성이 가장 높은 것은 F2 시편이었으며 다른 시편에서 관찰되는 제 2상의 형성은 관찰되지 않았다. 무첨가 A0 시편보다 AT 합성을 촉진시킨 시편은 1200°C에서는 F1, N1, F2, N2였고 1300°C에서는 Z1, F1, N1, F2이고 1500°C에서는 B1, Z1, F1, N1, Z2, F2, N2 시편이었다.

3.2. 기계적 강도 및 비중, 기공율

소성온도별 꺾임강도 특성은 첨가제를 첨가하지 않은 AT만의 조성에서는 소성온도가 증가할수록 강도는 급격히 저하하였는데 이것은 AT가 갖는 열팽창 이방성에 의해 재료내부에 발생하는 미세균열에 의한 것으로서 AT 생성량이 증가할수록 강도저하현상은 두드러짐을 알 수

있다. Fig. 1에서처럼 AT 형성이 거의 이루어지지 않은 시편의 경우 점 접촉만으로도 강도가 831 kg/cm²으로 매우 높으나 1300°C에서는 AT 생성량이 증가되어 140 kg/cm²으로 급격히 저하되고 AT 생성이 가장 많은 1500°C에서는 33 kg/cm²으로 급격히 저하되었다. Bi_2O_3 첨가의 경우 1200°C 저온에서는 1 wt% 첨가량보다 5 wt% 첨가한 것이 강도가 가장 높은 1275 kg/cm²을 나타내었는데 이것은 Bi_2O_3 가 다른 첨가제보다 낮은 용융점과 화합물 형성이 저온에서 용이하게 이루어져 1200°C 저온에서도 높은 강도가 얻어졌다. B1 경우 1300°C에서 소결비중이 가장 높은 3.68 gr/cm³이 얻어졌고 B2의 경우도 마찬가지로 1300°C에서 본 실험에서 얻어진 결과중 가장 높은 3.87 gr/cm³이 얻어졌다. 기공율은 1 wt% 첨가시 1200°C에서 가장 높은 21%가 얻어졌으며 5 wt% 첨가시는 2%로 가장 낮은 기공율을 보였다. 따라서 다공성 용도로 Bi_2O_3 첨가에 의한 특성 발현은 기대하기 곤란하고 소성온도에 따른 강도는 온도증가에 따라서 AT 생성량이 증가되어서 강도는 급격히 감소하여 무첨가와 유사한 경향을 나타내었다. Fig. 2에서 1300°C 소성온도에서 B1은 A0에 비해 높은 강도를 나타내었는데 이는 Fig. 1에서처럼 B1의 경우 AT 생성량이 현저히 저하되어

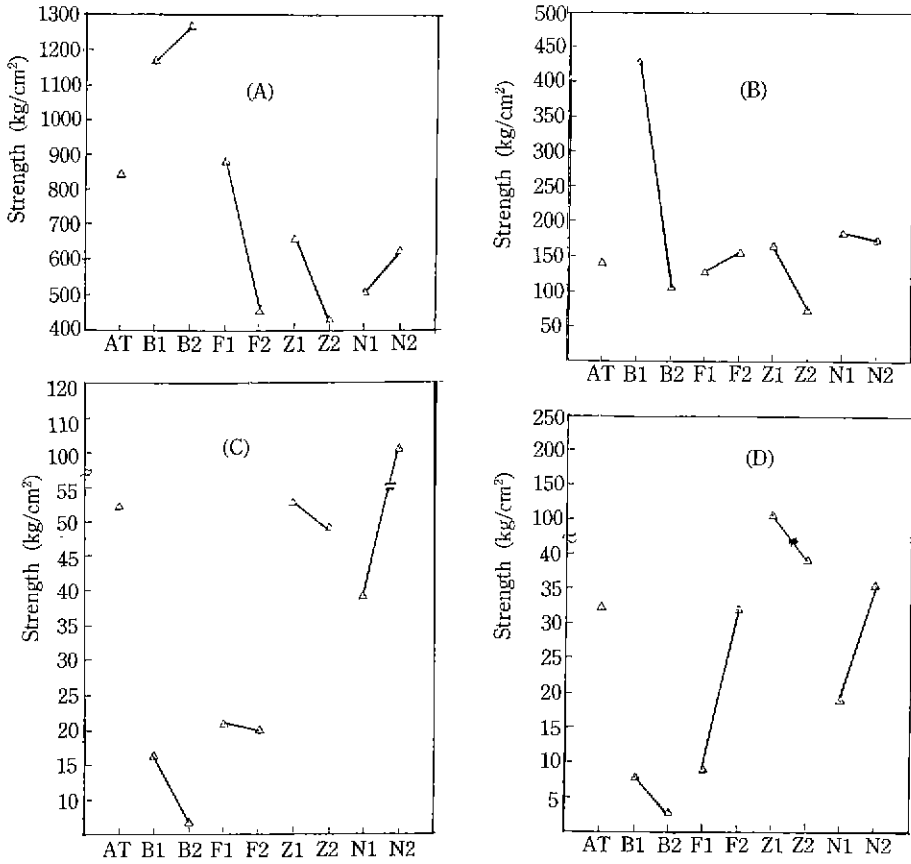


Fig. 2. Strength versus firing temperature at (A) 1200°C, (B) 1300°C, (C) 1400°C, (D) 1500°C in aluminum titanate ceramics with additives.

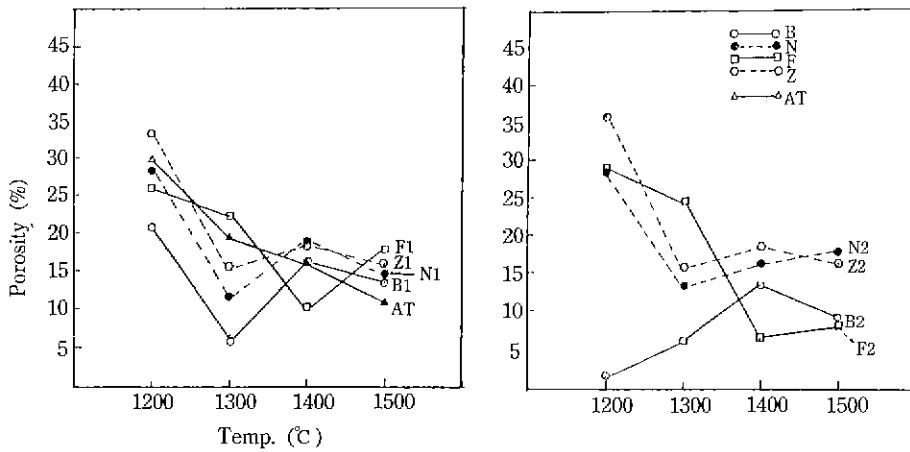


Fig. 3. Porosity versus firing temperature in aluminum titanate ceramics with additives.

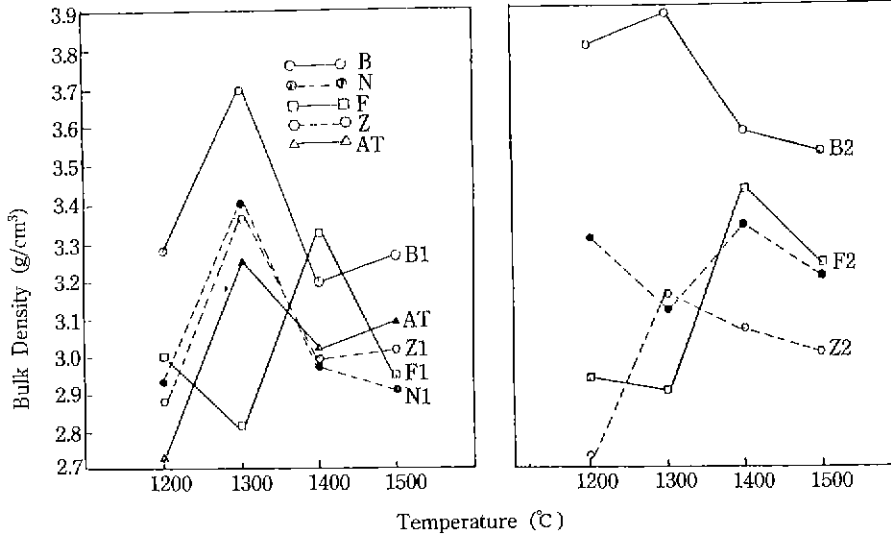


Fig. 4. Bulk density versus firing temperature at (A) 1200°C, (B) 1300°C, (C) 1400°C, (D) 1500°C in aluminum titanate ceramics with additives.

AT 결정의 열팽창이 방성이 억제되었기 때문으로 생각된다. F1의 경우는 1200°C 저온에서 Fig. 2에서처럼 강도가 F2보다는 F1에서 높게 나타났는데 이것은 Fig. 1에서처럼 F2에서는 AT 생성량이 현저히 증가되었기 때문으로 사료된다. 소성온도에 따른 강도 특성은 A0와 마찬가지로의 경향을 나타내었다. F1의 기공율은 Fig. 4에서처럼 1200°C와 1300°C 모두 25%와 23%의 큰 변화를 보이지 않았으며 F2의 경우는 F1과 유사한 경향을 보이고 좀더 높은 기공율을 나타내었는데 이것은 F2에서 F1에 비하여 AT 생성량이 많은 관계로 내부에 발생된 미세균열에 의한 결과로 사료되어지며 Fig. 3에서 보는 바와 같이 부피 비중의 차가 F1, F2의 경우 다른 시편에 비하여 현저히 적은 것도 1200°C, 1300°C에서 높은 기공율이 얻어진 하나의 이유라고 생각된다. 1300°C 이상에서는 강도저하와 기공율저하가 급격히 이루어지는 것이 전시편에서 관찰되어지므로 AT 생성량과 강도, 기공율을 고려하여 볼 때 F2 시편이 본 실험에서 얻어진 가장 우수한 AT 다공체임을 알 수 있다.

1300°C에서 F2의 기공율은 25%이고 강도는 161 kg/cm²였다. Z1의 경우는 Fig. 2에서처럼 무첨가에 비하여 매우 낮은 강도를 나타내고 있으며 1200°C와 1300°C의 소성온도에서 가장 낮은 강도를 나타내었는데 이것은 Fig. 1에서처럼 1200°C의 저온에서도 zinc aluminate (ZnAl₂O₄) 화합물이 형성되어 소결성을 저하시켜 Fig. 3에서처럼 낮은 부피비중과 Fig. 4에서처럼 높은 기공율의

원인이 된 것으로 생각된다. Z1, Z2 모두 1200°C에서만 기공율이 높고 AT는 거의 형성되지 않고 1300°C에서는 기공율이 15% 전후로 저하되어 다공체 용도로는 부적합함을 알 수 있다. 소성온도에 따른 강도 변화의 경우는 타시편과 유사한 경향을 나타내었다. N1의 경우는 A시편에 비하여 1200°C에서는 강도가 매우 낮았는데 이것은 Z2와 마찬가지로 제 2광물상인 nickel aluminate (NiAl₂O₄) 화합물이 형성되어 소결성이 저하되었기 때문으로 생각된다. 기공율의 경우 Fig. 3처럼 N1은 부피비중이 1300°C 소성온도에서 15% 이하로 저하되고 Fig. 3처럼 N1은 부피비중이 1300°C에서 최대이나 N2는 최소치를 나타내었는데 N2의 경우는 Fig. 1에서처럼 1200°C에서 nickel aluminate 제 2상이 형성되어 있다가 1300°C에서 AT 형성이 증가되면서 그 생성량이 감소된 관계로 소결성이 증가되었기 때문이다. N1의 경우는 그 생성량이 거의 없기 때문에 소성온도 증가에 따른 소결성 증가로 부피 비중이 증가하였다. 소성온도에 따른 강도의 경우는 타시편과 비슷한 경향을 나타내었으며 N2의 경우 1300°C 이상에서 A0에 비해 약간 높은 강도를 나타내었으나 1300°C 이상에서 15% 전후의 기공율을 나타내었으므로 AT 생성량도 A0에 비하여 우수하지만 F2 시편에 비하여 AT 다공체로서 특성 발현이 저하될 것으로 생각된다. 그러나 N1의 경우 1300°C에서 AT 생성량이 N2에 비해서는 떨어지나 A0에 비하여서는 높고 강도 또한 180 kg/cm²으로 높고 기공율은 15% 이하이지만

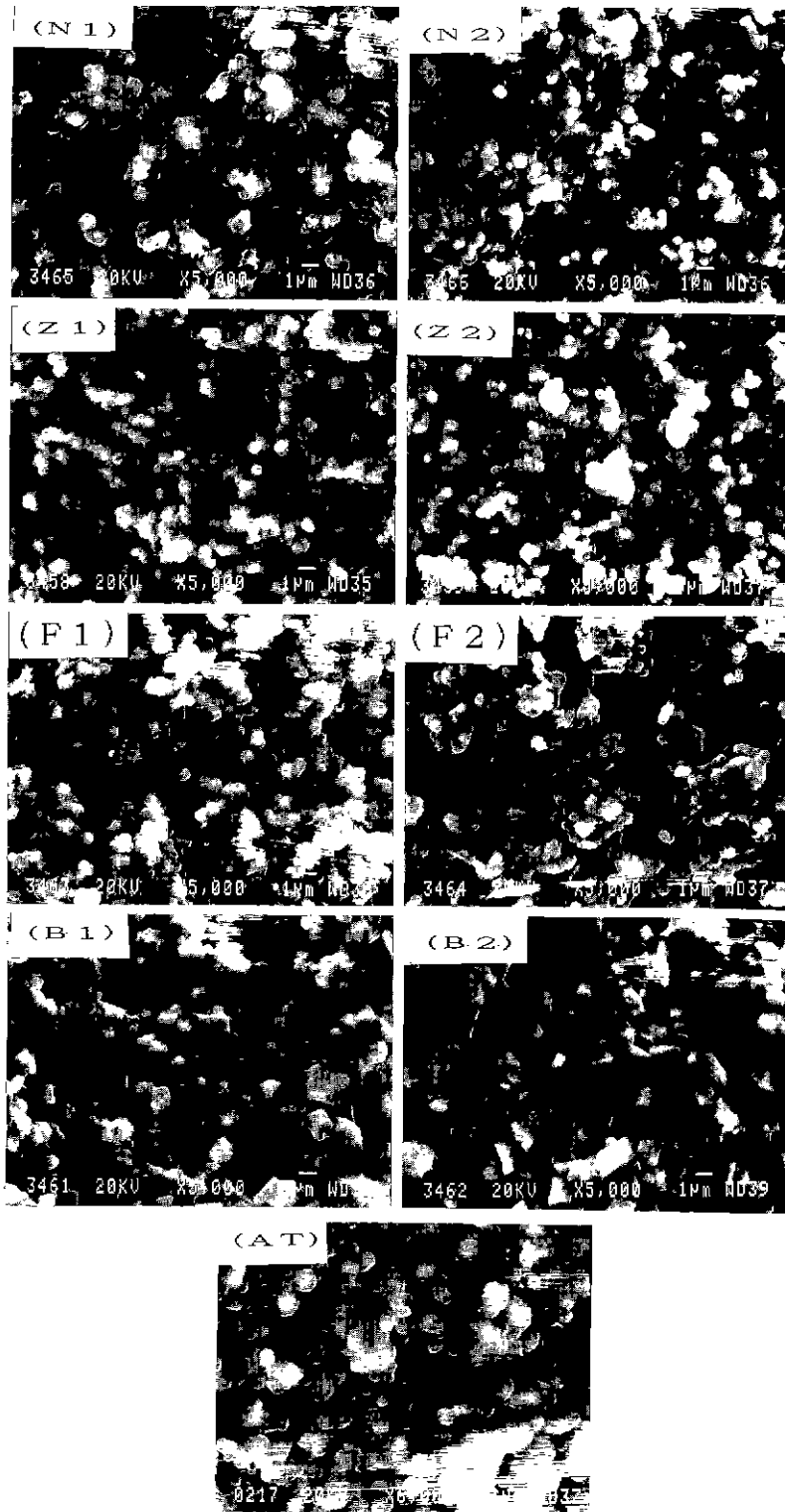


Fig. 5. SEM photographs for aluminum titanates with additives fired at 1200°C.

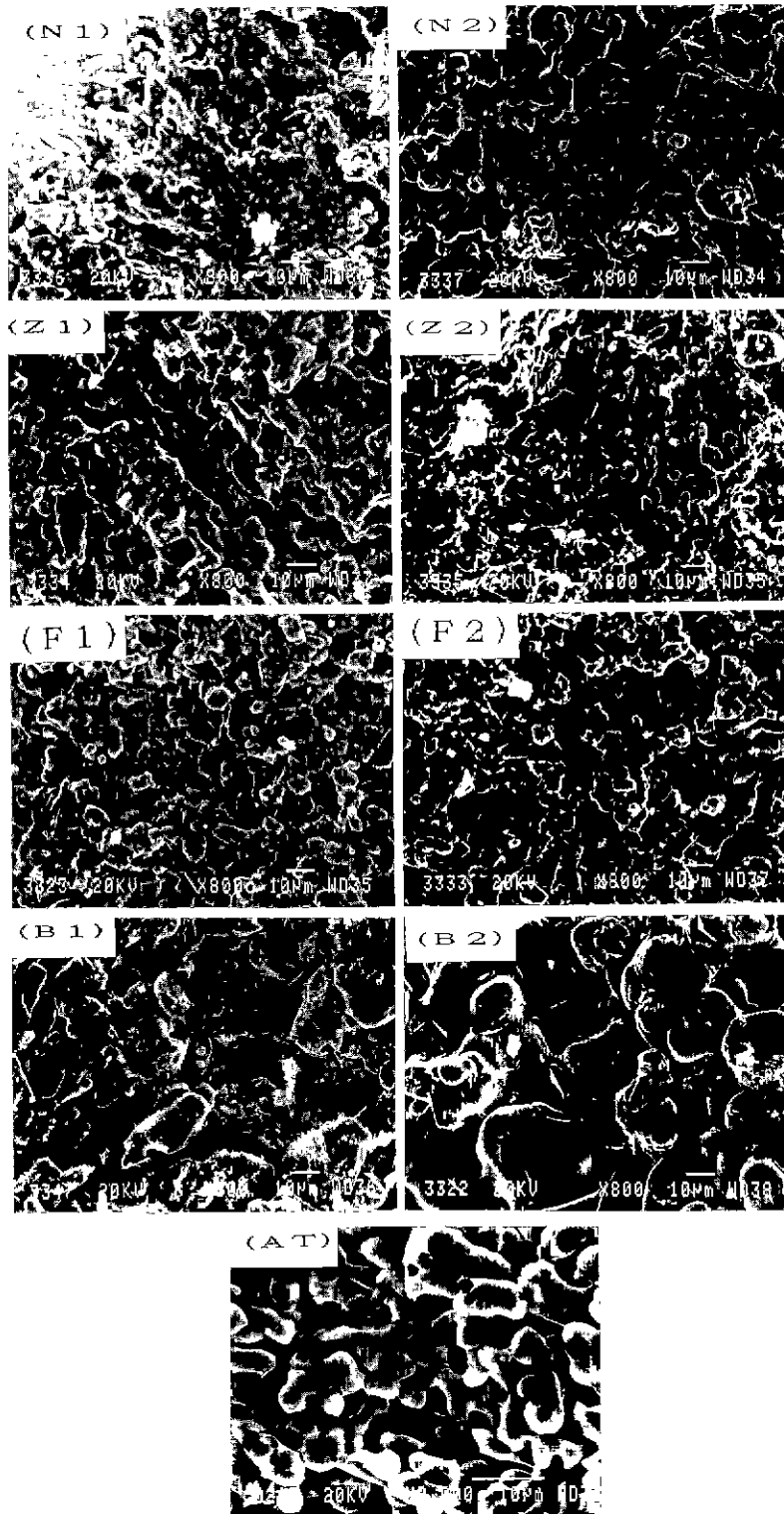


Fig. 6. SEM photographs for aluminum titanates with additives fired at 1500°C.

1400°C에서는 18%이고 강도도 102 kg/cm²으로서 가장 높아 고온 용도로 이용 가능하다고 사료된다. 이상의 결과로부터 1200°C의 저온에서는 제 2상이 형성된 Z2, N2는 강도 향상에 기여하지 못하고 Z2에서만 기공율이 증가하였으며 B2의 경우 형성된 제 2상이 저용몰이므로 현저한 강도 향상이 이루어졌으나 기공율이 6%로 다른 시편에 비하여 가장 낮았다. AT 다공체로 이용가능한 소성온도는 1300°C 이상이므로 1300°C에서 강도가 A0에 비해 높은 시편은 F2, Z1, N1, N2이고 1400°C에서는 Z1, Z2 시편이었으며 1500°C에서는 Z1, Z2, N2 시편이었으나 다공체로서 이용 가능한 기공율과 강도 두가지 모두를 만족한 시편은 F2 시편이었다.

3.3. 미세조직 관찰

1200°C 소성후의 미세조직은 Fig. 5와 같다. A0의 경우 neck 결합이 어느정도 진행되어 있음을 알 수 있으나 B1의 경우는 A0에 비해 상당히 많은 부분이 액상 소결의 전형적인 조직을 나타내고 있으며 일부 성장해서 직사각형 입성장이 발달되어 있음을 알 수 있다. B2는 B1보다 훨씬 많은 입성장이 이루어져 있음이 관찰되었다. F1은 A0보다 작고 균일한 입성장이 이루어졌으며 일부 조대해진 입성장이 관찰되었다. Z1의 경우는 타시편에 비해서 입성장이 가장 적고 균일한 구형의 입형을 유지하고 있으며, Z2는 일부 불규칙한 입성장이 관찰됨을 알 수 있고 N2는 N1에 비하여 입자성장이 균일하게 이루어졌음을 알 수 있다. Fig. 5 조직사진으로부터 입형별 특성은 각형의 경우는 B1, B2이고 구형의 균일 조직체는 F1, Z1, N1이었고 첨가량을 5wt% 첨가한 F2, Z2, N2는 불규칙적인 각형과 구상이 혼재된 구조로 이루어져 있음을 알 수 있다. 따라서 1200°C 소성시는 첨가량이 1 wt%까지는 입자성장이 억제되고 5wt% 첨가의 경우는 입자간 접촉이 증가되고 입형도 불규칙해짐을 알 수 있다. 고온에서 특성을 알아보기 위하여 1500°C에서 소성한 시편을 관찰한 결과 Fig. 6에서 보는 바와 같이 A0 시편은 2µm 전후의 결정입과 10µm 전후의 결정입이 혼재하고 있었으며 B1의 경우는 20µm 이상의 조대 결정으로 결정이 성장되었으며 결정입간 소결이 매우 치밀하고 B2는 B1에 비하여 더욱 치밀하고 전형적인 액상소결의 미세구조를 나타내고 있으며 표면에 많은 미세균열이 발생되어 강도 저하의 원인이 되었다. 한편 첨가제의 거동을 알아보기 위하여 Fig. 7(a)의 EPMA를 이용한 편분석 결과는 결정입자 계면에서 첨가제가 존재하고 결정입내에서는 관찰되지 않았다. F1의 경우는 10µm 전후의 주상형의 결정이 균일하게 성장되었음을

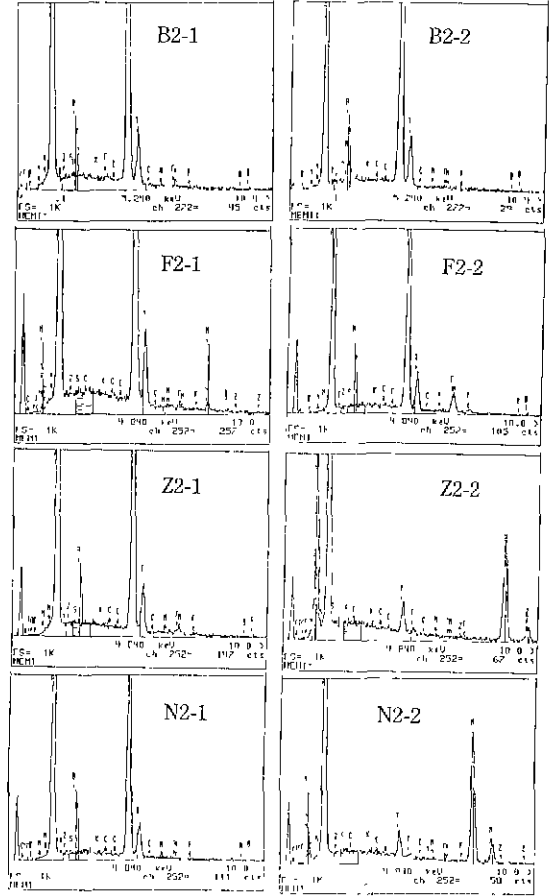


Fig. 7. EPMA point analysis for 5 wt% additives in aluminum titanates fired at 1500°C. The symbols of B2-1~N2-1 are the analysis of inner grain and B2-2~N2-2 are the analysis of grain boundary after fired at 1500°C showed in Fig. 6

알 수 있고 F2는 F1에 비하여 2µm 전후의 미세결정이 많이 분포하고 있음을 알 수 있다. 첨가제는 B2와 마찬가지로 Fig. 7(b)에서처럼 결정입내에서는 관찰되지 않고 입계에서만 관찰되었다. Z1은 F1에 비해 10µm 이상의 조대 결정으로 결정성장이 많이 이루어져 있음을 알 수 있고 Z2는 Z1에 비해 10µm 이하의 결정입과 3µm 전후의 적은 결정입이 혼재하여 F2처럼 이상 결정성장을 보였으며 F2, Z2 모두 불균일한 입성장이 일어났음을 알 수 있다.

N1은 10µm 전후의 결정입과 N2에 비하여 많은 양의 2µm 정도의 미세결정이 많이 분포하고 있음을 알 수 있다. 첨가된 첨가제는 Fig. 7(d)처럼 입계내에서는 관찰

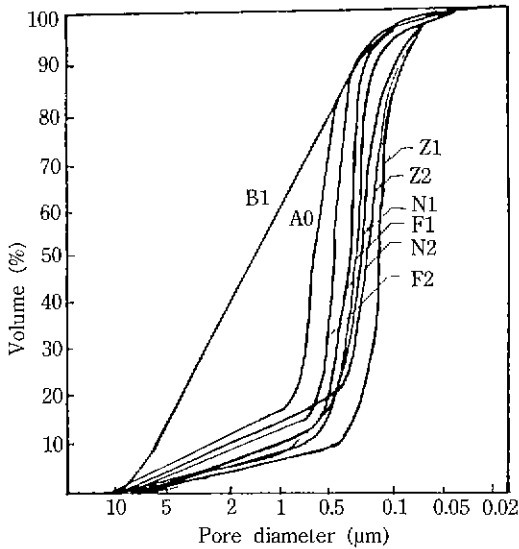


Fig. 8. Pore size distribution of aluminum titanate with additives after firing at 1200°C.

되지 않고 입계에서만 관찰되었다. 이상의 미세조직 관찰결과 첨가제 첨가량이 적은 1wt%에서는 비교적 균일한 미세조직이 얻어졌으나 5 wt%에서 이상 결정입성장이 조장되어 불균일한 미세조직이 얻어져 폭이 좁은 기공경 분포를 위해서는 1 wt% 첨가가 바람직하였다. 또한 첨가된 첨가제는 결정입내에는 존재하지 않고 입계에만 존재하였으며 첨가량이 많을수록 이상 결정입성장을 조장하였다. AT 결정의 성장이 거의 이루어진 1500°C 소성시편 내부에는 AT 결정의 열팽창 이방성에 기인한 미세균열이 모두 발생되어서 강도저하 요인으로 작용하였으며 다른 시편에 비하여 비교적 주상정 결정이 균일하게 발달된 Z1 시편에서 가장 높은 강도가 얻어졌다.

3.4. 기공경 분포

다공체로서 응용이 가능하기 위해서는 가능한 한 높은 기공율과 필요로 하는 기공크기가 요망되므로 1200°C 소성후의 시편에 대하여 기공경 분포를 시험한 결과는 Fig. 8과 같으며 기공경 분포폭은 매우 좁음을 알 수 있다. B1의 경우는 Fig. 6에서처럼 일부 상당 부분이 액상 소결이 진행되고 조직이 불균일하여 10 μm에서 0.2 μm까지 각종의 기공경이 폭넓게 분포하고 있음을 알 수 있다. B2는 기공율이 2%로 매우 낮고 거의 고립기공으로 존재하여 수는 압입법으로는 측정이 불가능하였다. A0의 경우는 일부 조대입성장으로 인하여 다른 시편에 비하여

큰 기공경이 존재하였으나 F1은 미세조직이 매우 균일하고 0.3 μm 전후의 것이 많이 분포하고 있으며 F2는 F1에 비하여 큰 기공경이 분포하고 있다. Z2는 Z1에 비하여 평균기공경 크기도 크고 그 분포도 폭넓게 분포하고 있는데 이것은 Z2가 Z1에 비하여 일부 불균일 성장이 조장되어 미세조직이 균일하지 못하였기 때문으로 추측된다. N1의 경우는 N2에 비하여 평균기공경의 크기만 작을 뿐 그 크기분포는 오히려 불균일하였는데 이것은 Fig. 6에서처럼 N1이 N2에 비해 이상 결정입성장이 많았기 때문으로 생각된다. 상기의 기공경 시험 결과로부터 미세구조가 구형이고 균일한 것일수록 기공경 분포의 폭은 적어지고 불균일한 입성장이 많은 경우는 평균 기공경 크기도 증가되고 그 분포폭도 매우 폭넓게 분포하였다. 그리고 첨가제 첨가량이 1 wt%보다는 5 wt% 경우는 N1과 N2를 제외하고는 조직이 균일하게 발달되어 평균 기공경 크기도 작고 그 분포의 폭이 좁음을 알 수 있다. 따라서 균일한 기공경 분포를 얻기 위해서는 5 wt%보다는 1 wt% 첨가가 바람직하고 평균기공경 크기 분포순은 Z1 < Z2 < N1 < F1 < N2 < F2 < A0 < B1 순으로 커졌으며 그 크기는 0.2 μm에서 2 μm 범위였다.

4. 결 론

AT 특성개선을 위한 첨가제로 Bi₂O₃, FeO, ZnO, NiO를 각각 첨가하여 각종 산업 분야에 응용가능한 다공체로서 기능과 기계 구조재료로서 그 기능을 향상시키고 응용을 확대하기 위하여 실험한 결론은 다음과 같다.

1) 각종 첨가제중 소성온도에 따른 AT 합성은 FeO 첨가가 무첨가와 타첨가제에 비하여 가장 우수하였고 Bi₂O₃ 첨가시는 AT 합성이 무첨가보다 현저히 감소되었다. 또한 첨가된 첨가제는 AT 결정 내부보다는 입계에 존재하였으며 5 wt% 첨가시 새로운 화합물을 형성하여 제 2상으로 존재하고 있었다.

2) 소성온도에 따른 기계적 강도 특성은 1200°C에서 Bi₂O₃ 1 wt% 첨가에서 가장 높은 1260 kg/cm²이 얻어졌으며 AT 합성이 현저히 저하되었으며 소성온도가 증가할수록 AT 생성량도 증가되었다. 강도는 AT 결정의 열팽창 이방성에 기인한 내부에 미세균열이 발생되어 AT 생성이 매우 적은 1200°C에 비해 현저히 저하되었다.

3) 기공경 특성은 1200°C의 소성에서 초기 입성장의 균일화가 1500°C 소성에서 얻어진 치밀질 소결체의 미세조직의 균일화에도 큰 영향을 미치고, Bi₂O₃ 첨가시 가장 불균일한 미세구조가 얻어졌다. 기공경 분포는 그

폭이 좁고 평균기공경 크기가 2.0 μm에서 0.2 μm 범위였으며, 평균 기공경 크기 분포순은 B1>A0>F2>N2>F1>N1>Z2>Z1이었다.

4) 향후 특성 개선을 위해서는 AT 생성이 보다 효과적으로 이루어지고 기계적 강도의 저하를 막고 균일한 기공경 형성 및 치밀 소결을 위해서는 FeO, Bi₂O₃, ZnO를 복합 첨가하고 첨가량을 1 wt% 전후로 하면 그 특성 개선이 이루어질 것으로 기대되어진다.

REFERENCES

1. K. Hamano, "Aluminum Titanate Ceramic." TAIKA-BUTSU Vol. 27, 520-527 (1985).
2. M. Persson, L. Hermansson and R. Carlsson, "Investigation of the Stability of Aluminum Titanate Ceramics," *Science of Ceramics*, **11**, 479-484 (1981).
3. Y. Ohya, M. Hasegawa, Z. Nahagawa and K. Hamano, "Effects of Some Additives on Microstructural and Mechanical Strength of Aluminum Titanate Ceramics," Report of the Research Laboratory of Engi. Mat., Tokyo Inst. of Tech. No. 12, 81-91 (1987).
4. E. Kato, K. Daimonad J. Takahashi, r. Kato and K.

- Hamano, "Fabrication of Al₂ TiO₅ Ceramics," *ibid*, **9**, 87-97 (1984).
5. T. Yano, N. Nagai, M. Kiyohara, K. Saito and N. Otsuka, "Thermal and Mechanical Properties of Aluminum Titanate-Mullite Composites," *Yogyo Kyokai Shi*, **94**(9), 970-976 (1986).
6. Y. Ohya and Z. Nakagawa, "Gran Boundary Microcracking due to Thermal Expansion Anisotropy in Aluminum Titanate Ceramics," *J. Am. Cer. Soc.*, **708**, C184-C186 (1987).
7. K. Hamano, Y. Ohya and Z. Nahagawa, "Microstructure and Mechanical Strength of Aluminum Titanate Ceramics Prepared from Mixture of Alumina and Titania," *Yogyo Kyokaik Shi*, **91**(2), 50-57 (1983).
8. Japan Patent No. 56-35631.
9. *ibid* No. 56-7996.
10. *ibid* No. 59-13471.
11. *ibid* No. 54-50515.
12. Y. Ohya, K. Hamano and Z. Nahawa, "Effects of Some Additives on Microstructure and Bendig Strength of Aluninum Titanate Ceramics," *Yokyo Kyohai Shi*, **94**(7), 665-670 (1986).
13. Japan patent No. 55-121966.
14. *ibid* No. 1-167282.